

Fyzikální praktikum 4

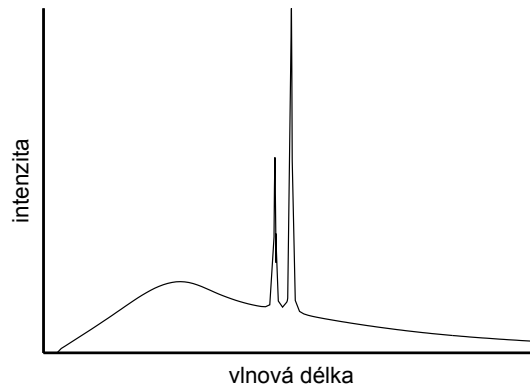
Emisní spektrum rtg záření a Comptonův jev

Cíle úlohy

Naměření spektrálního složení rtg záření pomocí difrakce na monokrystalu, Studium závislosti spojitého a brzdného záření na napětí rentgenky a typu terče. Měření závislosti energie charakteristických čar na protonovém čísle a ověření Moseleyho zákona. Určení Comptonovy vlnové délky.

Teorie

Dopadající elektron vybudí v materiálu antikatody rtg záření, jehož spektrum má spojitou a čarovou složku, obr. 1.



Obrázek 1: Spektrum rtg záření jako součet spojitého a charakteristického spektra.

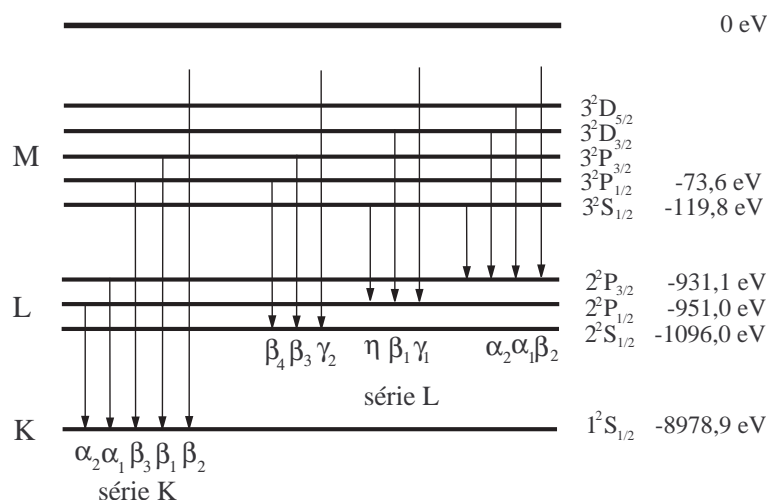
1. Brzdné záření

Spojité složka rtg spektra vzniká zabrzděním dopadajícího elektronu v materiálu antikatody – *brzdné záření*. Energie fotonu brzdného záření je maximální, přemění-li se celá kinetická energie dopadajícího elektronu na energii fotonu. Pro minimální vlnovou délku (hranu) spojitého spektra platí

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU} \approx \frac{1,2394}{U}, \text{ [kV, nm]} \quad (1)$$

kde U je urychlující napětí v rtg lampě. Maximální intenzitu má brzdné záření pro vlnovou délku zhruba od $1,5 \lambda_{\min}$ do $1,8 \lambda_{\min}$ (hodnota závisí i na typu rentgenky).

2. Charakteristické záření



Obrázek 2: Schéma přechodů elektronů vytvářejících charakteristické čáry. Energie slupek jsou uvedeny pro měď ($Z = 29$).

Čarová složka rtg spektra – *charakteristické rtg záření* – vzniká následujícím procesem. Elektron dopadající na antikatodu vyrazí z hluboké slupky elektronového obalu atomu antikatody elektron a atom se tak ionizuje. Na volné místo v elektronovém obalu přejde elektron z vyšší slupky a přebytek energie se vyzáří jako foton rtg záření, jeho energie je rovna rozdílu energií počátečního a koncového stavu přecházejícího elektronu. Tyto přechody se realizují mezi dvojicemi stavů, pro něž platí výběrová pravidla

$$\Delta L = \pm 1, \quad \Delta J = 0, \pm 1, \quad (2)$$

kde L a J jsou kvantová čísla termu. Některé z těchto přechodů jsou znázorněny na obr. 2. Čáry vzniklé přechody elektronu do těžší slupky (např. K) vytvářejí sérii K. Uvnitř série se čáry rozlišují písmeny α, β, \dots podle toho, ze které slupky elektron přešel.

Závislost energie hladiny s hlavním kvantovým číslem n na protonovém čísle Z je přibližně popsána vztahem

$$E_n = -E_R(Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2}, \quad (3)$$

kde σ je stínící koeficient hrubě aproximující mezielektronové interakce a $E_R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0 h^2} = 13,6 \text{ eV}$ je Rydbergova energie. Energie přechodu mezi hladinami s kvantovými čísly n_1 a n_2 je pak popsán Moseleyho zákonem

$$E = E_R(Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_2^2} - \frac{1}{n_1^2} \right). \quad (4)$$

Například čára $K\alpha$ vzniká při přechodu elektronu mezi hladinami $n_1 = 2$ a $n_2 = 1$.

Intenzita charakteristické čáry je dána empirickým vztahem

$$I = C I_A (U_A - U_k)^n, \quad (5)$$

kde U_k je ionizační potenciál k -té slupky, I_A a U_A je proud a napětí na rentgence, C je konstanta a n nabývá hodnot mezi 1,5 a 1,75.

3. Absorpce a filtrace záření

Absorpce rtg záření probíhá převážně pohlcením fotonu elektronovým obalem při současné ionizaci atomu (fotoelektrická absorpce). V závislosti absorpčního koeficientu látky na vlnové délce rtg záření se vyskytují nespojitosti (absorpční hrany). Poloha absorpční hrany ve spektru odpovídá ionizační energii slupky v elektronovém obalu. Je-li energie absorbovaného fotonu menší

než např. ionizační energie slupky K, slupka K se nemůže ionizovat a absorpce probíhá jen ionizací jiných slupek v obalu. Zvětšíme-li energii fotonu tak, že je větší než ionizační energie, slupka K se může ionizovat a absorpce látky se skokem zvětší. Z polohy absorpční hrany ve spektru lze tedy zjistit ionizační energii slupky.

4. Rtg fluorescenční spektroskopie

Energie absorbovaného rtg záření se může uvolnit ve formě sekundárního charakteristického záření. Vlnové délky charakteristických čar v emisním spektru rtg záření jsou dány elektronovými přechody mezi hlubokými slupkami elektronového obalu. Energie těchto přechodů jsou charakteristické pro atomy daného prvku a pouze velmi málo ovlivněny elektrony ve valenční slupce, t.j. chemickými vazbami. Měřením energie čar v emisním spektru je tedy možné snadno provést kvalitativní chemickou analýzu daného materiálu. Tohoto využívá metoda rtg fluorescenční spektroskopie (XRF – x-ray fluorescence spectroscopy). K buzení emisního spektra se nepoužívá elektronový svazek jako v rentgence, ale zkoumaný materiál se ozařuje rtg zářením o vhodné vlnové délce. Z předchozího odstavce plyne, že mohou být detekovány pouze takové prvky, jejichž energie absorpční hrany je menší než energie budícího záření. U těžkých prvků se mohou měřit i charakteristické čáry série L nebo i vyšší; v tomto případě musí být energie budícího záření větší než absorpční hrana příslušné slupky.

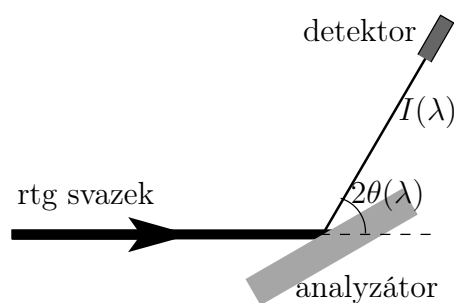
5. Comptonův rozptyl

Při Comptonově rozptylu dochází k neelastickému rozptylu rentgenového fotonu na elektronu. Energie fotonu se při tomto rozptylu částečně předá v kinetickou energii elektronu. Úbytek energie je závislý na změně směru pohybu fotonu před a po rozptylu. Změní-li se směr fotonu o úhel α prodlouží se vlnová délka fotonu o velikost

$$\Delta\lambda = \lambda' - \lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos \alpha), \quad (6)$$

kde λ je vlnová délka původního záření, λ' rozptýleného záření a $\frac{h}{m_e c}$ je Comptonova vlnová délka.

Postup měření



Obrázek 3: Schéma energiově citlivého měření s krystalovým analyzátozem.

Spektrum se měří pomocí difrakce kolimovaného záření na monokrystalu (analyzátoru), viz obr. 3. Při daném úhlu θ mezi dopadajícím zářením a krystalografickou rovinou dochází na této rovině k difrakci pro vlnovou délku spektra, pro niž je splněna Braggova difrakční podmínka (kubické krystaly)

$$2a \sin \theta = \lambda \sqrt{N}, \quad N = h^2 + k^2 + l^2. \quad (7)$$

Závislost difraktované intenzity na úhlu θ naměřená otáčením krystalu se tedy dá převést na závislost intenzity záření na vlnové délce. Přitom je třeba uvážit vliv superpozice vyšších řádů difrakce na analyzátoru.

Budeme tedy měřit spektrum jako závislost intenzity na Braggově úhlu analyzátoru, který poté přepočteme na vlnovou délku. Závislosti proměříme pro sérii napětí na rentgence a proudem ji protékajícím. Analyzujeme závislosti minimální vlnové délky a maximální intenzity spojitého spektra, a maxim charakteristického spektra. Provedeme měření s vloženým niklovým filtrem a analyzujeme jeho vliv na spektrum.

Pro zpřesnění měřené intenzity je třeba vzít v úvahu mrtvou dobu detektoru τ podle vztahu

$$N = \frac{N_0}{1 - \tau N_0}, \quad (8)$$

kde N je skutečná intenzita a N_0 je měřená intenzita (četnost pulsů za sekundu).

Rtg fluorescenční spektrum se měří pomocí polovodičového (křemíkového) detektoru, který měří přímo závislost počtu rtg fotonů na jejich energii. Tento detektor je dioda zapojená v závěrném směru a v klidovém stavu tedy neprotéká žádný proud. Rtg foton, který dopadne do oblasti PN přechodu, vybudí elektronové-děrové páry a způsobí tak proudový puls. Pro zvětšení účinnosti detektoru se používá dioda s rozšířenou nedopovanou (intrinsickou) vrstvou uvnitř PN přechodu, tzv. PIN dioda. Počet vybuzených párů je přímo úměrný energii dopadajícího fotonu, která se tak dá určit z amplitudy proudového pulsu. Ovládací program ukládá data ve formě histogramu – rozdělí měřitelný rozsah energií na intervaly (typicky na 512). Vztah mezi amplitudou pulsu a energií fotonu závisí na nastavení vyčítací elektroniky. Energie fotonu je lineární funkcí pořadí intervalu n

$$E = an + b. \quad (9)$$

Koeficienty a a b určíme z měření energií emisních čar $K\alpha$ a $K\beta$ známého materiálu (například měděného plechu). Se známými koeficienty můžeme potom převést měřený rozsah na energii dopadajících fotonů.

Rozlišení použitého fluorescenčního detektoru je asi 150 eV. Pro měkké záření s energiemi pod cca 2 keV se už nedá smysluplně rozlišit jednotlivé prvky. Navíc se v této oblasti měkkého záření překrývá velké množství charakteristických čar: čáry série K pro prvky lehčí než fosfor (příspěvek atmosféry), L série prvků lehčích zirkonium, M série těžších prvků. Oblastí měkkého záření se proto nebudeme zabývat.

Postup měření Comptonova rozptylu je nepřímý a je založen na měření rozdílu absorpce dopadajícího a rozptýleného rentgenového záření. Detailně je popsán v manuálu k zařízení PHYWE.

Alternativně je možné použít energiově disperzní detektor na základě měření energiového posunu spektrálních čar molybdenu. Ve spektru rozptýleného záření se vyskytuje jak složka elasticky rozptýlená (bez změny energie fotonu), tak i neelastický (Comptonův) rozptyl. Rozdíl energií těchto čar v jediném spektru umožňuje snadno určit Comptonovu vlnovou délku.

Experimentální vybavení

Rtg zdroj s měděnou, molybdenovou a wolframovou antikatodou, goniometr, analyzační monokrystal LiF (mřížková konstanta 4,028 Å, rovina povrchu (001)), ionizační detektor rtg záření (mrtvá doba $\tau = 90 \mu\text{s}$), energiově disperzní detektor (PIN dioda), řídicí počítače.

Doporučený postup a úkoly pro měření

Student má tři týdny na provedení měření. Doporučený postup:

- První týden – měření spektrálního složení rtg záření různých rentgenek v závislosti na parametrech rentgenky, zejména na napětí mezi katodou a anodou a také na druhu terče (k dispozici je měděná, molybdenová a wolframová lampa). Ověřte závislost polohy hrany spojitého spektra na budicím napětí, určete Planckovu konstantu. Ověřte empirický vztah pro závislost intenzity emisních čar na napětí, určete hodnotu exponentu.

- Druhý týden – měření spektrálního složení rtg. fluorescenčního záření pro různé materiály. Charakteristické čáry jednoho prvku použijte ke graduaci škály energiově disperzního detektoru (například měď, jejíž spektrum bylo měřeno výše). Ověření Moseleyho zákon pro čáry série K a L. Určení stínícího koeficientu.
- Třetí týden – Comptonův jev. Změřte posun vlnové délky pro několik rozptylových úhlů (například $\alpha = 45^\circ, 60^\circ, 75^\circ, 90^\circ, 105^\circ$), ověřte Comptonův vztah a určete Comptonovu vlnovou délku.

Výstupem praktika budou prezentovány vyučujícímu naměřené závislosti ve formě grafů a naměřené hodnoty, včetně odhadu nejistot, pokud je to možné a vhodné.

Doporučená literatura

V. Holý, J. Musilová, *Fyzikální měření II*, skripta UJEP, Brno, 1986.

V. Valvoda, M. Polcarová, P. Lukáč, *Základy strukturní analýzy*, Nakladatelství UK, Praha, 1992.

U. Pietsch, V. Holý, T. Baumbach, *High-Resolution X-Ray Scattering*, Springer, Berlin, 1999 a 2004.

Přílohy návodu

1. Návod k ovládání difraktometru Phywe.
2. Návod pro difraktometr Phywe – měření Comptonova jevu.

Stručný popis zařízení

Difraktometr Phywe je malý stolní difraktometr s 35 W rentgenkou zkonstruovaným pro účely školního rtg praktika. Box s průhledným předním panelem umožňuje zasunout zleva modul s rentgenkou (máme zakoupenou měděnou a molybdenovou rentgenku). Do experimentálního prostoru je možné umístit goniometr, který umožňuje rotovat se vzorkem (tzv. ω -scan) a s ramenem se ionizačním detektorem (tzv. 2θ -scan), nebo film či energiově disperzní polovodičový detektor pro detekci fluorescenčního spektra. Čelní spodní panel obsahuje ovládací prvky pro manuální ovládání difraktometru, a sériový port pro připojení kabelu k ovládání zařízení pomocí počítače. V horní části je displej zobrazující intenzitu měřenou detektorem nebo aktuální polohy motorků.

Rentgenka a spuštění záření

Zapnutí záření vyžaduje zavření dvířek pracovního boxu a jejich uzamknutí otočným knoflíkem. Přepneme indikátor funkce na napětí, kulatým ciferníkem otočíme na žádanou hodnotu a potvrdíme tlačítkem Enter (vpravo od ciferníku). Přepneme indikátor funkce na proud, změním hodnotu kulatým ciferníkem a potvrdíme Enter. Záření zapneme tlačítkem HV ON (a stejným tlačítkem ho i vypneme). Po zapnutí záření se rozzáří žhavená katoda na rentgence – můžeme ji pozorovat za olovnatým sklem.

Maximální napětí na rentgence je 35 kV, maximální proud 1 mA. Po dlouhodobé nečinnosti rentgenky výrobce doporučuje nejdříve pustit rentgenku na 25 kV a 1 mA po dobu 10 minut.

Detektory

1. Ionizační detektor v goniometru

Detektorem záření je samovyčerpající halogenová ionizační trubice (počítá α , β i γ záření). Mrtvá doba detektoru je $\tau = 90 \mu s$, maximální počet pulsů za sekundu je 8192 (14 bitů). **Nenechávejte detektor v primárním svazku** (tj. přímo naproti výstupu z rentgenky) – **silná intenzita by mohla detektor poškodit!** Poznámka: Při velké intenzitě je třeba použít vzorec pro korekci na mrtvou dobu τ

$$N = \frac{N_0}{1 - \tau N_0},$$

kde N_0 je naměřený počet pulsů.

2. Polovodičový detektor

Rtg fluorescenční spektrum se měří pomocí polovodičové (křemíkové) PIN diody. K difraktometru můžeme připojit detektor Amptec s vlastní elektronikou a ovládacím programem *mcpHa*. Ovládací program spustíme podle návodu na počítači v praktiku. Detektorem snímáme fluorescenční záření v opačném směru než primární. Dostatečná hodnota napětí a proudu rentgenky pro vybuzení fluorescence je 35 kV a 0,1 mA; při vyšším výkonu dochází k zahlcení detektoru. Nepoužíváme kolimátor - využíváme plný svazek. **Použitý detektor snese pouze malé intenzity rtg záření proto nesmí být v žádném případě měřen přímý svazek z rentgenky!**

Ovládání goniometru

Goniometr umožňuje rotovat vzorkem a s detektorem (obojí s krokem $0,1^\circ$), a to buď nezávisle, nebo současně v poměru rychlostí 2:1 (tzv. zrcadlový neboli spekulární sken). Goniometr můžeme ovládat manuálně, nebo počítačem.

Manuální ovládání je jednoduché: přepneme na pohyb daným motorkem, a kulatým ciferníkem otočíme na hledanou polohu. Sken můžeme nechat provést automaticky: nejdříve pomocí Gate nastavíme dobu měření v jednom kroku, pak nastavíme typ skenu, rozsah a krok, a tlačítkem Start spustíme měření. Měřenou intenzitu odečítáme na displeji.

Ovládání počítačem obsahuje grafické uživatelské prostředí, které nastavuje všechny parametry zařízení (včetně zapnutí a vypnutí rentgenky), a umožňuje provádět skeny motorky, kreslit graf průběhu intenzity a uložit naměřená data do souboru. Používá se k tomu program *Measure* na počítači připojeném sériovým kabelem (notebook). Během počítačového ovládání je ignorováno manuální ovládání. Naměřená data uložíme do textového souboru z menu Measurement → Export data.

Related topics

Compton effect, Compton wavelength, rest energy, absorption, transmission, conservation of energy and momentum, X-rays, the Bragg equation.

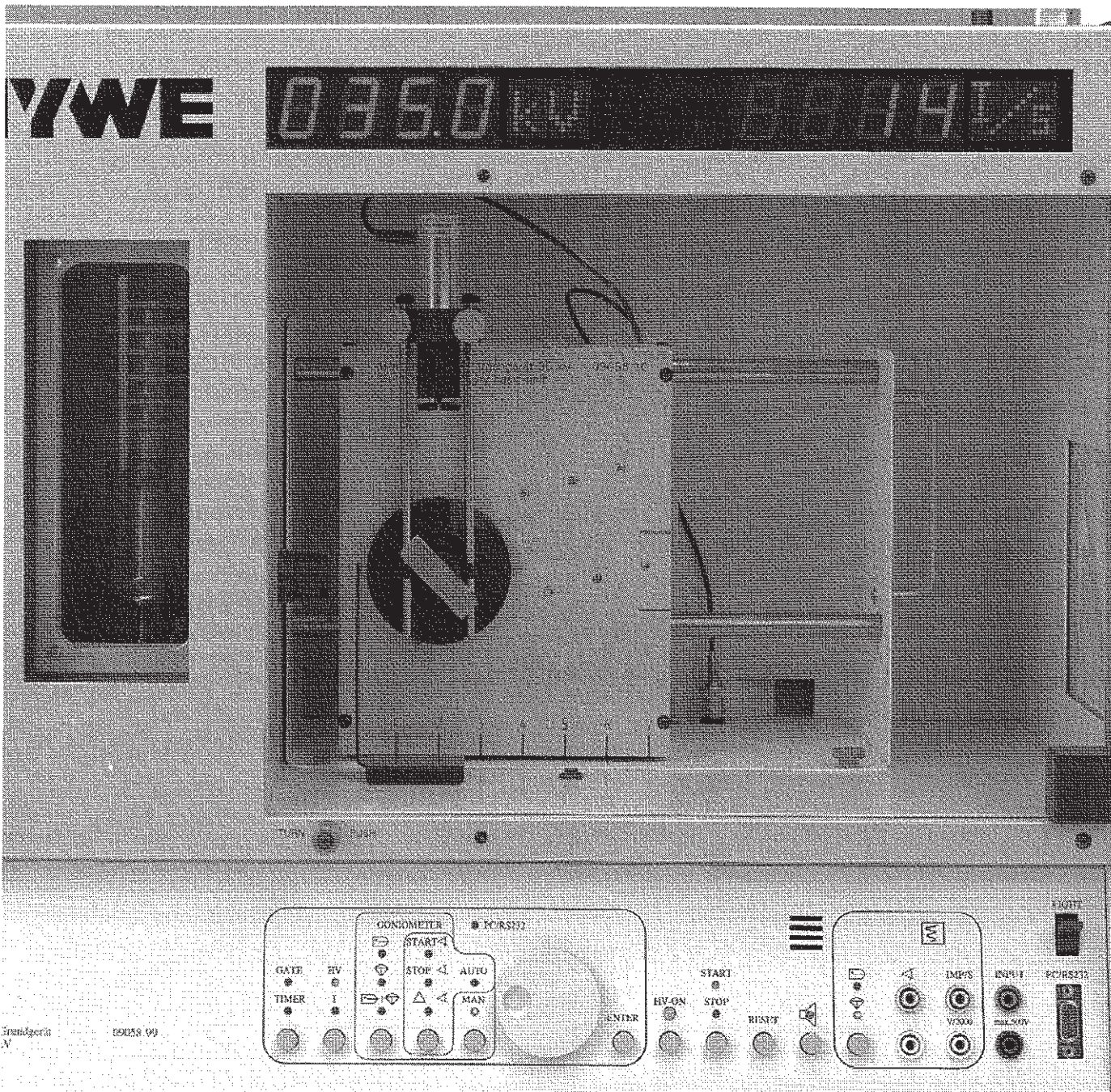
Principle and task

Compton scattering is to be achieved by directing an X-ray beam against a piece of plastic. The portions of the scattered X-rays at various angles is to be measured with a counter tube. Measurements are to be made with an absorber positioned in front of and behind the scatterer, so that the Compton wavelength can be determined from the varying intensity attenuation of the X-rays at different wavelengths, using a premeasured transmission curve.

Equipment

X-ray basic unit, 35 kV	09058.99	1
Goniometer for x-ray unit, 35 kV	09058.10	1
Plug-in module with Cu X-ray tube	09058.50	1
Counter tube, type B	09005.00	1
Lithium fluoride crystal, mounted	09056.05	1
Compton attachment for x-ray unit, 35 kV	09058.04	1
Recommended accessories:		
Software x-ray unit, 35 kV	14407.61	1
Data cable, 2 x SUB-D, plug/socket, 9 pole PC	14602.00	1

Fig. 1: Experimental set-up for 90° Compton scattering.



Erfinderlich 09058.99

X

Problems

1. The transmission of an aluminium absorber is to be determined as a function of the wavelength of the X-rays by means of Bragg scattering and the measured values plotted graphically.
2. A scatterer is to be used and the intensity of the X-rays scattered at different angles determined. The intensity attenuation which occurs on placing an aluminium absorber in front of, and behind, the scatterer is to be determined for the same angles as previously, and the different transmission coefficients then calculated.
3. The different transmission coefficients and the transmission curve are to be used to determine the changes in wavelengths.
4. The Compton wavelength for 90° scattering is to be determined and compared with the theoretical value.

Set-up and procedure

Part 1: Determination of the transmission of aluminium

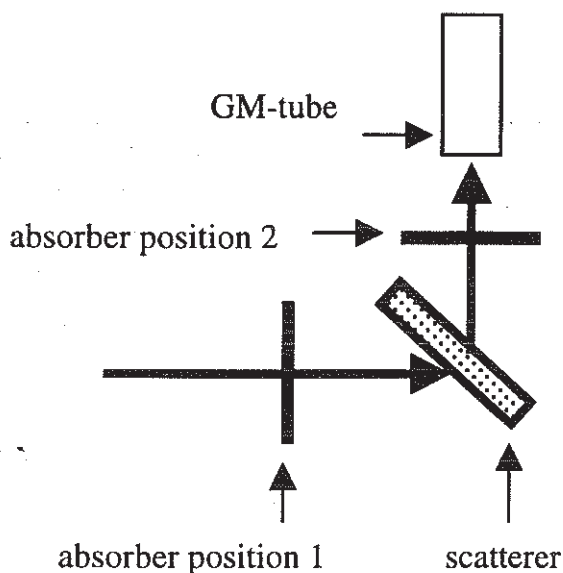
Fix the diaphragm tube with 2 mm diameter aperture in the X-ray outlet cylinder of the plug-in module that is to be used. With the X-ray unit switched off, connect the goniometer to the SUB-D socket in the base plate of the experimenting area. Fit the counter tube in the counter tube holder to the stop and screw it tight. Connect the counter tube cable to the BNC socket in the base plate of the experimenting area.

Set the counter tube holder to the right stop and the goniometer with mounted LiF crystal in the middle position. Lock each of them in these positions.

The following settings are recommended:

— Anode voltage $U_A = 35$ kV; Anode current $I_A = 1$ mA
 Determine the pulse rate $N_1(\vartheta)$ of the X-rays reflected by the crystal in angle steps of 0.1° between the glancing angle $\vartheta = (7.5-9.5)^\circ$, by means of synchronized rotation of the crystal and the counter tube in the angular relationship 2:1. Use a measuring time of 100 s.

Fig. 2: Schematic representation of the 90° Compton scattering arrangement.



Insert the aluminium absorber between the X-ray outlet and the crystal and repeat the above procedure to measure the pulse rate $N_2(\vartheta)$.

Calculate the wavelength λ as a function of the glancing angle ϑ , using the Bragg equation:

$$2d \sin \vartheta = n \lambda \quad (\text{lattice constant } d = 201.4 \text{ pm}) \quad (1)$$

If the measured number of pulses is N , then the relative error of the measurement is given by the ratio:

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{\sqrt{N}}{N} = \frac{1}{\sqrt{N}} \quad (2)$$

At high pulse rates N , because of the dead time $\tau \approx 90 \mu\text{s}$ of the counter tube, not all incoming photons are recorded. The true pulse rate N^* must therefore be determined by means of the relation:

$$N^* = \frac{N}{1 - \tau N} \quad (3)$$

The corrected pulse rates can now be used to calculate the transmission values as a function of wavelength λ and plot them graphically (Fig. 4).

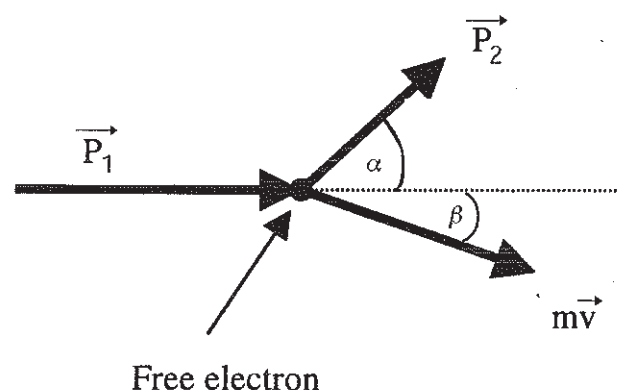
Part 2: The determination of Compton scattering

Remove the crystal and replace it with the plastic scatterer. Position this at an angle of 135° (see Fig. 2). Replace the diaphragm tube with $d = 2$ mm aperture with the one with $d = 5$ mm aperture. Turn the counter tube to 90° and measure the pulse rates, using the following set-ups:

- N_3 : with plastic scatterer but without the aluminium absorber
- N_4 : with plastic scatterer and with the aluminium absorber in position 1
- N_5 : with plastic scatterer and with the aluminium absorber in position 2

For the measurement of N_5 , clamp the absorber on the rods of the counter tube holder.

Fig. 3: Momentum relationships in Compton scattering (p_1/p_2 = photon momentum before/after collision, $m \cdot \vec{v}$ = electron momentum after collision).



To obtain the necessary exactitude, use a measuring time of 3×100 s for each measurement and take the mean value for the calculation of the transmission coefficient. If necessary, the dead time and background radiation must be taken into account to obtain the real pulse rates N^* .

Note: Never expose the counter tube to primary radiation for a longer length of time.

Theory and evaluation

A schematic representation of the scattering geometry of the Compton effect is shown in Fig. 3. The incident photon suffers a loss in energy when it is scattered from its original direction under scattering angle α , while the free electron is emitted under angle β from the collision point with a gain in energy. From the principle of conservation of energy and momentum (and taking the relativistic electron mass into account), a change in the wavelength $\Delta\lambda$ of the scattered photon as a function of the scattering angle finally occurs:

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m_0c} (1 - \cos\alpha) = 2 \frac{h}{m_0c} \sin^2\left(\frac{\alpha}{2}\right) \quad (4)$$

where:

Planck's constant	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$
The velocity of light	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m/s}^{-1}$
The rest mass of the electron	$m_0 = 9.109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$

The change in wavelength for 90° scattering is called the Compton wavelength, and contains the energy:

$$E_c = h \cdot f_c = \frac{h \cdot c}{\lambda_c} = m_0c^2; \lambda_c = \frac{h}{m_0c} = 2.426 \text{ pm} \quad (5)$$

where E_c is the electron rest energy.

Fig. 4 shows the situation for 90° Compton scattering with the transmission coefficients:

$$T_1 = \frac{N^*_4}{N^*_3} = \frac{32.4 \text{ Imp/s}}{96.2 \text{ Imp/s}} = 0.337 \pm 1.6\% ;$$

$$T_2 = \frac{N^*_5}{N^*_3} = \frac{27.8 \text{ Imp/s}}{96.2 \text{ Imp/s}} = 0.289 \pm 1.7\% ;$$

It can be seen that $T_1 > T_2$. The T values recorded in Fig. 4 yield a satisfactory result, a wavelength difference of:

$$\Delta\lambda = \lambda_c = (2.5 \pm 0.4) \text{ pm.}$$

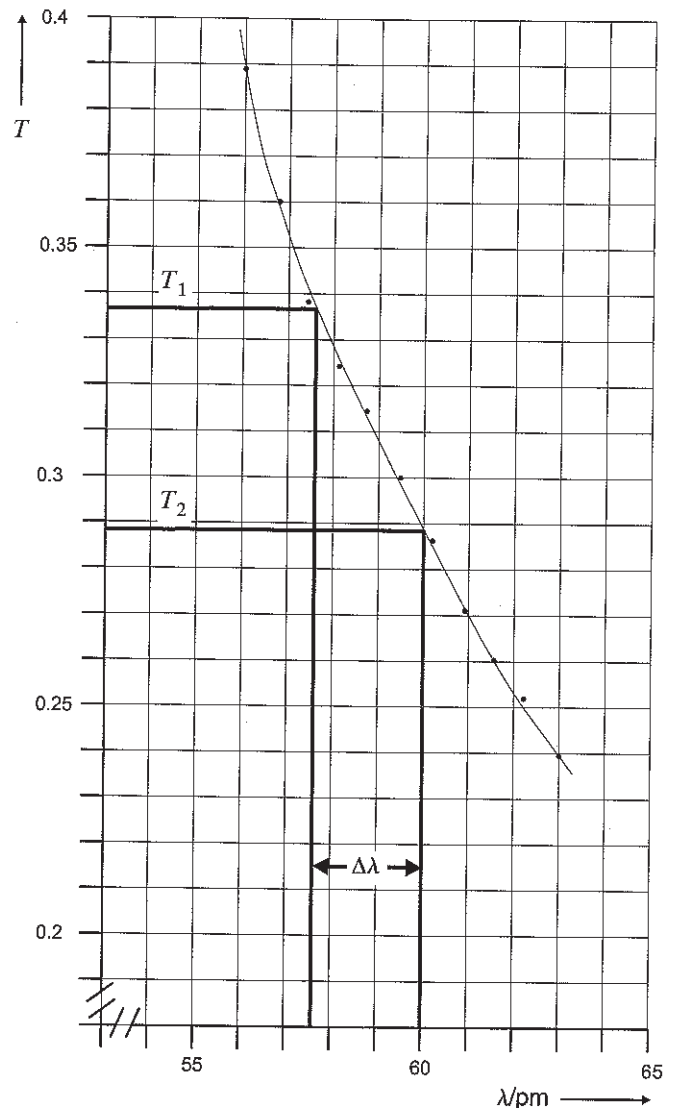


Fig. 4: Transmission curve of aluminium. Experimental set-up for 90° Compton scattering.

The results for the smaller scattering angles do not correspond well with the theoretical prediction, they nevertheless show that with decreasing scattering angle, the difference in wavelength also decreases.